Field Emission - Scanning Electron Microscopy (FE-SEM) and Electron Back Scatter Diffraction (EBSD) マニュアル
(石川台 1 号館 6 階, 機械系分析室)

作成者：機械制御システム専攻 吉野・山本研究室 助教 山中晃徳
日時：**2010 年 6 月 25 日**

はじめに:

機械系分析室の FE-SEM を使用する場合には, セルフユーザー登録が必要です. セルフユーザー発行のためには, 分析支援センター飯山さんに (iiyama.t.aa@m.titech.ac.jp)コンタクトし, 講習を受講後, セルフユーザーライセンスを発行して頂いて下さい.

FE-SEM の説明:

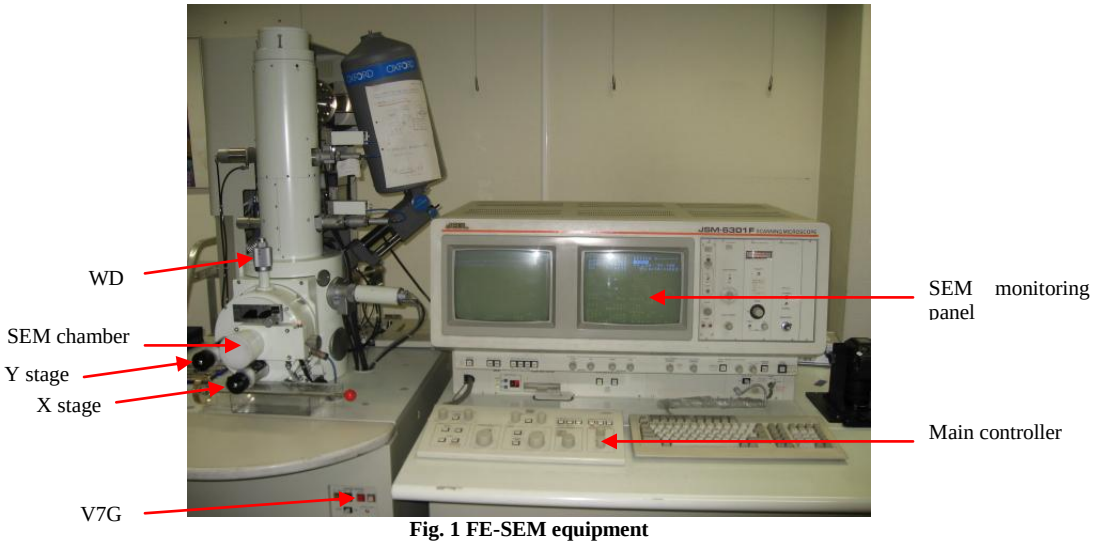
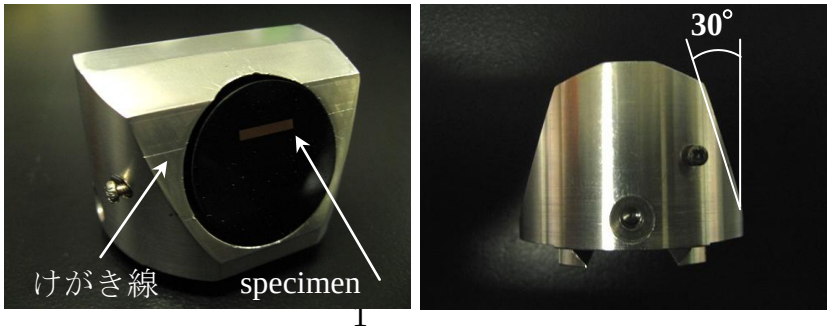


Fig. 1 FE-SEM equipment

試料の準備:

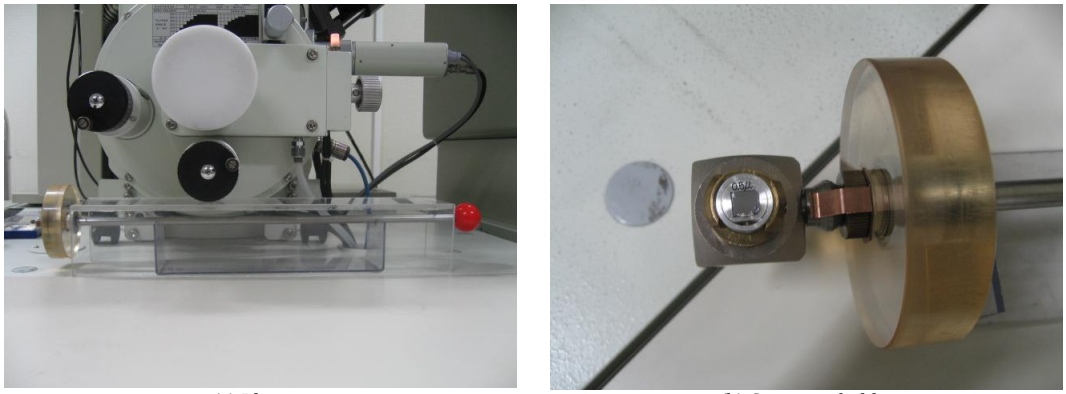
1. 試験片は, アセトンもしくは超音波洗浄でゴミを取り除いておく.
2. 試料は, 導電性樹脂等に埋めるか, 導電性の材料で薄くコーティングする.
3. 下図の EBSD 専用の試料台があるので, 試験片をセットする. 試料の裏面にはカーボンテープを張り試料台との導通を取ること.

＊ただし, 1000 倍以上で EBSD を行う場合は, カーボンテープではなくドウタイトを使用すること.



Specimen holder for EBSD

4. 試料ホルダーを Fig. 2 の試料導入棒のネジでしっかり締め付けセットする. このとき, かならずゴム手袋を着用し, ホルダーの棒部分を触らないこと. 試料室の真空がブレイクしてしまいます !!



(a) Plunger (b) Specimen holder

Fig. 2 Plunger Specimen holder

試料室を真空引きし, 試験片を挿入

1. ゴム手袋を着用の上, Fig.3 のように試験片を試料交換室入口にセットし, 左手を入口に押し付けたまま, Evac のボタンを押す. しばらくすると, Evac ボタンのランプが消えると真空引きの完了.
2. 真空引きを確認したら, 試料室のノブを手前に 90 度回し, ゆっくりと慎重に右方向に止まるまで引き出す. このとき, 加速電圧のランプが消えると, 真空漏れが発生し, 2 時間使えなくなるので, 慎重に作業すること. あまりにうまくいかないときは, 無理をせず飯山さんに連絡すること.

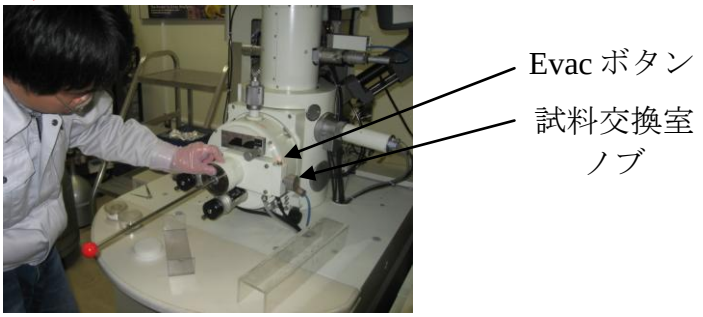
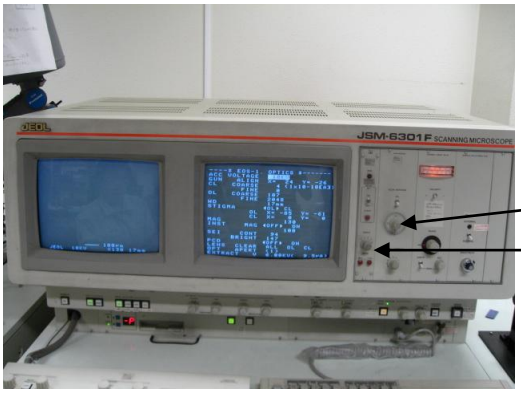


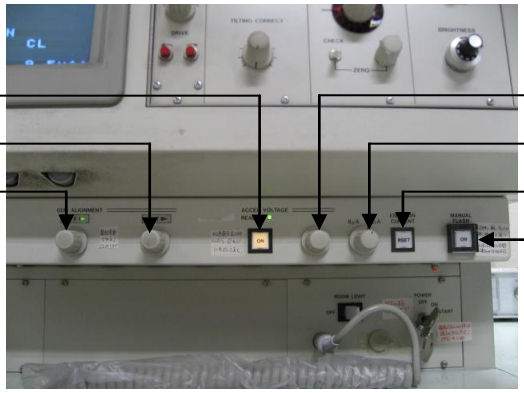
Fig. 3 Inserting the plunger rod in to the SEM chamber

3. 試料ホルダーを試料室内部へ挿入する. 試料室内部をのぞき込みながら,試料台を試料ステージにセットしてから, 試料導入棒のネジを回して, ホルダーから外す. このとき, 試料ステージに試料台がしっかり載っていることを確認するために, 少し手前に引き, 試料ホルダーが動かないことを確認する. もし, 試料室内に落とすと, 取り出しに大きな手間をかけるので注意.
4. 試料導入棒を, 手前に引く. 次いで, 試料交換室ノブをカチッとなるまで左側へ差し込んでから, ノブを奥方向へ 90 度回す. 再び, Fig.3 のように試料交換棒のプラスチック部を左手で押さえながら, Evac ボタンを押す.
5. 試料室入口のふたをして, 試料ホルダーを専用の台に置き, 試料挿入が完了する.

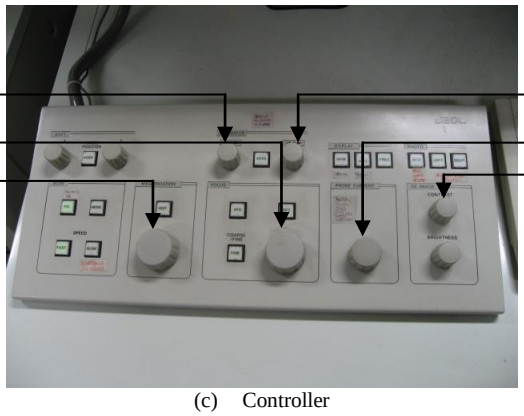
SEM のパネルの説明:



(a) SEM monitoring panel



(b) Main panel



(c) Controller

Fig. 3 SEM control panel

加速電圧の調整:

1. モニターのダイヤルを左に回して, 2 つのモニターを明るくする.
2. Acc. Voltage ボタンを押し, ランプが点灯し, 引き出し電流(EXTRACT V のところ)が 12 μ A になるまで待つ. モニター右上に 150 時間経過が表示されているときは flash ボタンを 20 秒押しして strong flash する. または Flash

のボタンが点滅しているときは, flash ボタンを普通に押して, manual flash を行うこと.

3. EXTRACT 電流が 12 μA になり, モニター上の EXTRACT V の横に, “C”が出ていることを確認する. 出ていない場合は, キーボードの十字キーで↓を押し, 右画面上の EXTRACT V の電流を”CONST”(コンスタントモード)にする.
4. Acc. Voltage ノブを回して加速電圧を 25kV まで上げる . このとき,1 ラチェットに 2 秒をかけてゆっくりと上げていくこと.
5. Fig. 1 に示す V7G ボタンを押し, 試料を観察できるようにする.
6. 最低倍率にし, CL coarse を 4 に設定する(何も見えないときは, コントラストとブライトネスを調節し 10 からスタートするのが良い). この状態で, gun alignment x, gun alignment y ノブをそれぞれ左右に回し, 画面がもっとも明るくなるところを探す. このとき適宜, contrast や brightness も調節すること. 同様の操作を CL coarse を下げながら行い, CL coarse が 1 になるまで行う.
7. もう一度, V7G ボタンを押し, 試料室を閉める. Fig.1 の WD を回して, WD=15 に設定する.
8. 再び V7G ボタンを押し, 試料上の何か見やすいゴミなどを探して, focus を調節しながら倍率を上げていく. 上手くゴミが見えたら, 倍率を 1000 倍~2000 倍ほどに設定する.
9. 非点の調節を行う. 5000 倍以上で, stigma x および stigma y を回して, 非点を調節する. Stigma を合わせたら, focus を微調整して, 倍率を上げる. 倍率を上げたら, 再び stigma x と stigma y, および focus を調節していく. 同様の操作を, 倍率が 7000 倍~10000 倍になるまで繰り返す.
10. 非点調節をしたら, FE-SEM の設定は終了であり, ここから EBSD に入る. そのため, 一度, Manual flash をしておくことを勧める.

EBSD の検出カメラ挿入までの操作:

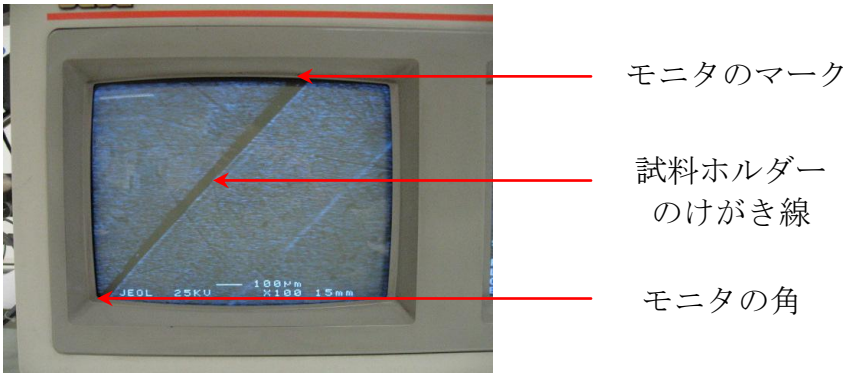


Fig.4 Setting of specimen holder for EBSD

1. 倍率を 100 倍に設定し，試料ホルダー上のけがき線まで移動する．次いで，Fig.3(a)に示す STAGE ROTATION と Fig.1 の X stage, Y stage を用いて，Fig.4 に示すようにけがき線をモニタの角とモニター上のマークに合わせる．これによって，EBSD の CCD カメラと試料の位置関係が決まるので，厳密に合わせる．
2. SEM の WD を 15mm に厳密に合わせるため，Forcus ダイヤルを回して モニター上に表示された WD を 15mm から 16mm の丁度半分の 15mm に合わせる．その際，15mm から 16mm まで 8 ノッチなので，15mm から 4 ノッチに合わせる．さらに，Fig.1 の WD の上側の小さいノブを回して，画面が鮮明になるように微調整する．
3. SEM の電子線の走査方向を変えるため，Fig.3(a)の IMAGE ROTATION で 135° に設定し，on にする．すると，けがき線が画面上で水平となる．(これはステージを回転させているのではなく，観察しやすいように画像を 135° 回転させているだけである)
4. X stage, Y stage を使ってけがき線に平行に移動し，モニタ上の中央付近に試験片表面の測定したい位置を合わせる．WD の微調整つまみでピントを合わせる．この時，ピントが合わない場合は，試料が測定できない位置に試験片があるので，EBSD の検出カメラは挿入してはならない．
5. EBSD 測定には時間がかかるので，ここで一度 manual flash をしておくとよい．(manual flash を行うと，微妙に gun alignment がずれるので微調整する)
6. Contrast と Brightness を 100 以下に下げ，モニタを暗くする．(これをしないと，鋭く絞った電子線が走査された際に画面が焼けつく!!!)
7. EBSD 用の PC および Fig.5 に示す 3 つの EBSD 装置の電源を入れる．PC は立ち上がったら，OIM のソフトウェアを起動する．

8. **WD が 15mm，けがき線に平行であることをもう一度確認して**から，Fig.5 の FORWARD/REVERSE スイッチを FORWARD にし，EBSD の検出カメラを挿入する．**検出カメラを挿入したら SEM 側のステージ類を絶対動かしてはいけない**．

EBSD/OIM の設定:

※OIM 等の操作の詳細は，分析室に備え付けの OIM Data Collection 取扱説明書に記されている

1. Fig.5 の SEM/OIM 切替スイッチで OIM 側に切り替え，ソフトウェア上でカメラを起動する．
2. 下記の手順で EBSD 装置のバックグランド処理を行う．
   1)Gamma のつまみを測定する位置(最初は約 9 時の位置)に設定し，INPUT GAIN と BLACK LEVEL で横の LED が上下 1 個ずつを除き，点灯するよ

うにする.

2)Gamma のつまみを 12 時の位置にセットし，FRAMES を 128 にセットする.

3)LIVE/PROC を LIVE， INT/AVG を INT にセットし，CLEAR を LED が点灯するまで押す.

4)B ボタンを押し，像が表示されたら FRAMES を 8 に戻し，INT/AVG を AVG にセットする.

5)A/B ボタン，A ボタンを押し，Gamma のつまみを測定する位置に戻し，カメラ内の輪郭が明確になるように CONTRAST, BRIGHT, GAMMA で調整する.

3. Phase で copper mat となっていることを確認する.
4. Interactive で SEM 画像を取り込み，7 点ほどサンプルとしてマッピングし，正しく結晶方位がマッピングされているか確認する.
5. Scan で測定領域，測定間隔である STEP を指定し，結晶方位測定を開始する.
6. **EBSD 測定終了後は，FORWARD/REVERSE ボタンを REVERSE 側にし，検出カメラを元の位置に戻す**.
7. FE-SEM の終了手順に従って終了する.

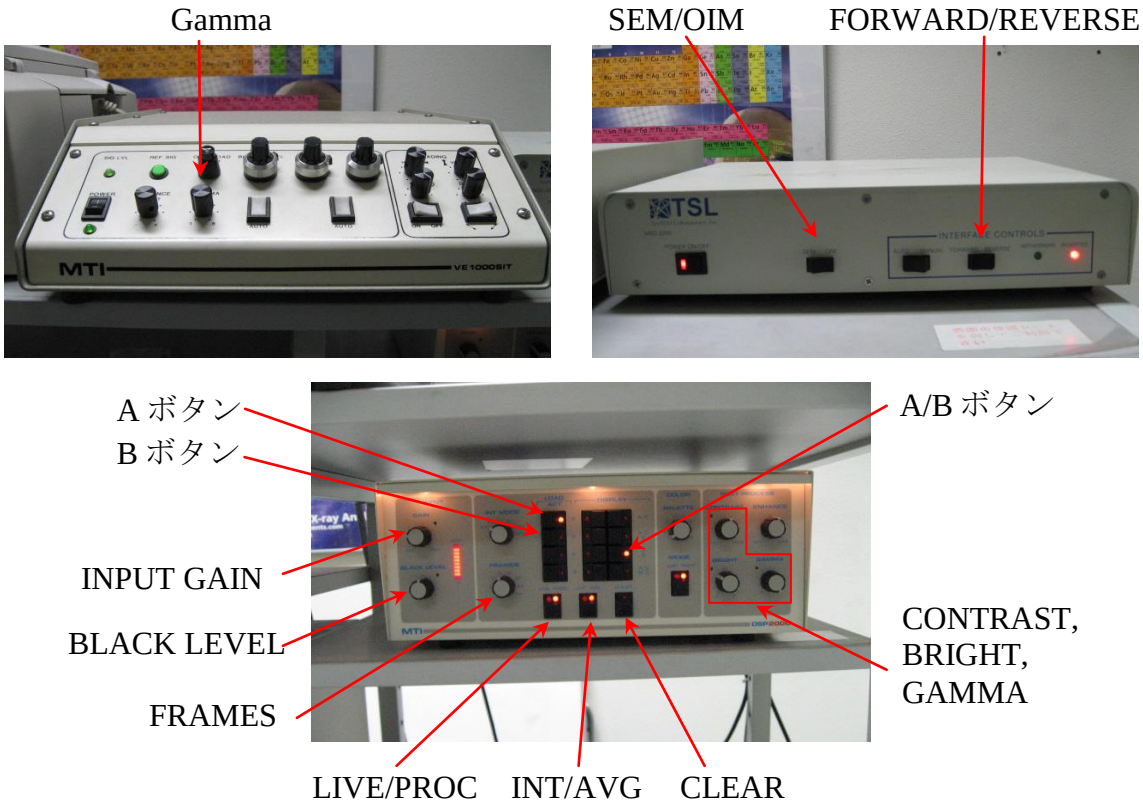


Fig.5 EBSD equipment

SEM の終了方法:

1. **EBSD の CCD カメラが REVERSE 側になっていることを, もう一度確認する**.
2. SEM のモニターを明るくして, 1000 倍にする.
3. Fig.3(a)の Image rotation を off にして, Initial stage ボタンを押す. これにより, 自動的に試料ステージが回転して試料交換(イニシャル)の位置に戻る.
4. V7G ボタンを押し, 試料室を閉める.
5. Acc. voltage ボタンを押して, off にする. Acc. Voltage ノブを回して加速電圧を 0V まで下げる.
6. Fig.1 の WD, X stage, Y stage をイニシャルの位置に戻す. イニシャルの位置は, それぞれのノブのところに張ってあるテープに書かれている.
   (x = 25mm, y=35mm, z=39mm)
7. 試料挿入と同様の手順で, EBSD の試料ホルダーを取りだす.
8. FE-SEM 使用ログに必要事項を記入しておくこと.

機械系分析室 FE-SEM-EBSD 観察マニュアル

作成者：東京工業大学 大学院理工学研究科
機械制御システム専攻 吉野・山本研究室
助教　山中晃徳

本マニュアル作成には, 東京工業大学 技術部 分析支援センター　主任技術専門員 飯山孝志 氏にご協力頂きました。

間違いや修正箇所などがありましたら、ご連絡ください。